

はり部材および試料作製方法並びに試料作製装置  
(BEAM AS WELL AS METHOD AND EQUIPMENT FOR SPECIMEN FABRICATION)

BACKGROUND OF THE INVENTION

[Field of the Invention]

本発明は、試料基板からの試料片の摘出技術、すなわち試料片の分離・摘出・格納技術に関し、さらに詳しくは、試料基板から特定領域を含む試料片を分離・摘出し、かつ格納するための試料作製(加工)方法並びにその方法を実施するために用いられる装置に関する。

[Description of the Related Prior Arts]

近年、半導体素子の構造解析においては、通常の走査電子顕微鏡（以下SEMと略記する）が有する分解能ではもはや観察ができない程の極微細構造の観察が要求されるようになってきている。そこでSEMに代えて透過電子顕微鏡（以下TEMと略記する）による観察が不可欠となっている。TEM観察に用いる観察試料片の作製に関しては、国際公表公報WO 99/05506号(引用文献1)に記載の方法がある。上記引用文献1に記載の方法では、先ず試料基板上の分析を所望する領域（以下、観察領域と呼ぶ）の周囲にイオンビームスパッタ加工を施して該観察領域を区画形成した後に、この区画形成した観察領域にプローブ先端部を固定接続する。次いで、上記観察領域を試料基板から分離するためにイオンビームスパッタ加工を施して上記観察領域を含む試料片を上記試料基板から分離摘出する。次いで、このプローブ先端部に固定接続された状態で分離摘出された試料片を試料ホルダのある位置まで移動して、該試料ホルダ上に上記摘出試料片を固定した上で、イオンビームスパッタ法により上記プローブ先端部を上記試料片から切り離してやる。以上の操作により試料片の分離・摘出並びに試料ホルダ上への固定設置（格納）が完了する。しかる後に、このプローブ先端部から切り離されて試料ホルダ上に固定設置された試料片上の上記観察領域に対して所望の観察や、分析、計測を行なう。

また、別の方法として、特開平8-132363号公報(引用文献2)に、パラレルリンク機構を用いて2本のハンドを圧電素子により開閉させて微小試料片を

保持する二本指マイクロハンド機構が提案されている。さらに別の方法として、特開平3-154784号公報(引用文献3)に、バイモルフ型圧電素子を駆動源としたピンセット機構が提案されている。これらは、いずれも圧電素子を用いてハンドまたはピンセットを可動させることで試料片を保持するものである。

また、Material Research Society (MRS) Symposium Proceedings, vol.480 の表題 Specimen Preparation for Transmission Electron Microscopy of Materials IV なる文献(引用文献4)の第19頁から第27頁にかけて、L. A. Giannuzzi らがリフトアウト(Lift-Out)法を示している。この方法はFIB(Focused Ion Beam)を用いて試料基板内にTEM観察用の薄片状試料部を形成(図21A~21Gの工程に相当)し、この薄片状試料部の形成後に、上記試料基板を大気中に取り出して光学顕微鏡下に設置し、先鋭化されたガラス棒を上記薄片状試料部に接近させて、該薄片状試料部の一部に上記ガラス棒の先鋭化された先端部を押し当てて上記試料基板上から上記薄片状試料部を分離する。さらに、同じガラス棒の先端部を分離した薄片状試料部に接近させて、該ガラス棒先端部に生じている静電気によって薄片状試料部を該ガラス棒先端部に静電吸着させる。このガラス棒先端部に吸着保持された薄片状試料部を、炭素被膜をコートした中空グリッド上に移動させて、該炭素被膜に対面するようにして上記薄片状試料部を上記中空グリッド上に付着保持させる。この薄片状試料部を保持した中空グリッドをTEMの試料室内に導入することで、上記薄片状試料部のTEM観察ができる。

さらにまた、国際公表公報WO99/17103号明細書(引用文献5)中に、試料片の摘出のためにピンセット(tweezers)を用いることについての言及があるが、このピンセットたるものの機構や構造などについては、何等の開示も示唆もなされていない。

上記した従来の技術には、以下に示すような問題点がある。

第1の問題点は、試料片摘出時に試料片及び試料基板に対し汚染を生じさせるおそれがあるという点である。前掲の引用文献1に開示の従来技術においては、前記プローブ先端部を前記試料基板の観察領域近傍に固定接続する際に、イオンビームアシストデポジション膜(以下デポ膜と云う)またはイオンビームスパッタ粒子再付着膜を介して両者間の接続固定を行なう。このため、上記デポ膜の原料

となるアシストガスの供給時に、上記試料片中の観察領域およびその近傍の領域をアシストガスで汚染させてしまうと云う問題が生じる。一度、汚染された領域はその範囲を特定することが困難である。また、次工程以降では不良発生の原因ともなる。更に、工程によっては汚染領域を拡大させてしまう場合もあり、その場合は、もはや次工程以降での観察や分析には使用できないと云う問題がある。

第2の問題点は、試料片の摘出に関する問題である。前掲の引用文献1には、プローブ先端部と試料片の接続固定方法として静電吸着法を用いてもよい旨記載されている。また、ガラス棒先端部での静電吸着力を利用して試料片を保持することがリフトアウト法として知られており(上掲の引用文献4)、この方法では、静電吸着法を用いているため試料片に対する汚染の問題はない。しかし、試料片が微小であるため、静電気力を十分に与えることができないため安定に保持することが困難である。具体的には、分離した微小試料片を上記グリッド上へと移動させる際、試料基板を大気中(実験室内)に取り出してからガラス棒先端に上記試料片を静電吸着させる方式であるため、ガラス棒先端部への試料片の静電吸着力は、実験室内の湿度に大きく依存する。そのために、試料基板上から試料片を吸着して分離・摘出することが出来なかったり、また、上記したグリッド上への搬送途中に試料片を落下させてしまったりして、理想的に上記炭素被膜上に上記試料片を付着させることができる確率(成功率)は非常に低い。また、薄片状の試料は上記ガラス棒の常に先端部に吸着される訳ではなく、発生静電気力の分布によってはガラス棒の側面部に付着されることも多く、この場合には、上記グリッド上の上記炭素被膜のコート面上に上記試料片を付着させることができない。一旦、ガラス棒側面部に試料片が吸着すると、該試料片はその一辺が数 $\mu\text{m}$ から10数 $\mu\text{m}$ 程度の極微細寸法の薄片であるため、その後にガラス棒の先端部に移動させることが出来ず、結局上記グリッドの上記炭素膜コート面上に上記試料片を付着させることが出来ず、TEM試料としての用に供することができない。特に、半導体デバイスの不良解析では、観察領域として注目すべき箇所が特定されているため、摘出する試料片は唯一無二と云ってもよく、従って、上記のガラス棒への静電吸着力を利用する試料片の分離・摘出方法では、TEM試料としての用に供し得る試料を得ることの出来る確率が低くなってしまい、かかる信頼性の

低い試料作成方法では半導体集積回路等の極微細構造部の不良解析には適用できないおそれがある。また、この静電気利用の方法では、逆に、微細試料片を静電気による斥力によって不所望な場所に飛ばしてしまい、重要な試料片を紛失させてしまうことさえ生じかねない。このように、上掲の静電吸着力を利用する方法では、非常に不確実な試料片の保持方法となってしまうと云う問題がある。

第3の問題点は、試料片摘出時の作業効率即ちスループットおよび装置構成に関する問題点である。前掲の引用文献2に記載の二本指マイクロハンド機構は、自由度の高い2本のマイクロハンドによって微小試料片を保持する方式を採ったものである。しかしながら、この方式では、上記2本のマイクロハンドを試料片を正確に保持できるように位置付けしてセッティングする必要がある。この作業は複雑あり、かつ熟練を要する。このことが、実用上大きな障害となっている。具体的には、二本指マイクロハンド機構のように、 $\mu\text{m}$ 単位の微小試料片を試料片を保持する機構では、独立した構成の可動梁を用いる必要がある。保持対象となる試料片の大きさが $\mu\text{m}$ 単位の極微細薄片であることから、これを保持するための保持機構としての上記可動梁の先端部サイズもやはり $\mu\text{m}$ 単位であることが要求される。従って、保持機構先端部の位置合わせにも、 $\mu\text{m}$ 単位以下の非常に高い位置合わせ精度が必然的に要求される。かかる高精度の位置合わせを、独立した2本の可動梁を用いて行なうには非常に複雑でかつ熟練を要する作業を伴う。さらに、この独立した可動梁の二本指マイクロハンド機構で極微小試料片を保持する方式では、試料片保持のための保持力、2本のマイクロハンドの試料片との接触位置の相対位置関係を操作制御することが必要となり、試料片保持時の安定性、確実性に欠けると云う方式上の問題もある。また、機構的な問題点として、 piezo素子を駆動源とするパラレルリンク機構を用いているがため、装置構成が大型化すると云う問題点もある。

また、前掲の引用文献3に記載のピンセット機構は、先の引用文献2に記載の方法と同様に、試料片を保持するために、複雑かつ熟練を要する作業を避けられないと云う問題がある。さらに、この引用文献3に記載のピンセット機構では、駆動源にバイモルフ型圧電素子を用いている。このため、試料片を保持するピンセット機構とこのピンセット機構を駆動するための上記バイモルフ型圧電素子と

を互いに離れた位置に配置せざるを得ず、 $\mu\text{m}$ 単位の微小試料片を保持するために必要な動作精度を確保することが難しいと云う問題がある。

これらの理由により、従来の技術では、 $\mu\text{m}$ 単位の極微小な試料片及び／又はその近傍の領域を汚染せずに試料片を摘出することと、この微小な試料片を正確かつ安定に保持することとを両立させるのは、非常に困難である。

## SUMMARY OF THE INVENTION

本発明は、上記した従来技術における問題点に鑑みてなされたものであって、その目的とするところは、極微小な試料片及び／又はその周辺領域を汚染させることなく、確実かつ高スループットで、安定的に極微小試料片の分離、摘出及び格納を行うことのできる装置および方法を提供することにある。

すなわち、本発明によれば、試料から微小試料片を摘出する際、試料片の周辺領域を汚染することを極力小さくして、確実かつ安定に微小試料片を保持、摘出、更には格納することのできる手段及び方法が提供される。

本発明の一実施例による試料作製(加工)装置は、試料基板を搭載して移動可能なステージと、イオンビームを発生させるためのイオン源及び上記イオンビームを試料基板上の所定の位置に照射するためのイオンビーム光学系からなるイオンビーム照射光学装置と、上記試料基板中へ押し込むことにより分離・摘出すべき試料片部分を保持し、次いで上記試料基板から引き抜くことによって上記試料片部分を上記試料基板から分離・摘出するための、根元部に比較して先端部が細く形成されており、かつ上記先端部が2つに割れている形状を有する棒状部材からなるはり部材と、該はり部材を先端部に備えて、該はり部材を回転させることが可能な試料保持機構と、該試料保持機構を上記試料基板に対して移動させる移動機構と、上記はり部材と上記試料片との接触状態を検知するための接触検知装置と、これら全体を収納する真空容器と、を含んで構成される。

次に、上記した本発明の一実施例による試料作製(加工)装置を用いて試料基板上から微小試料片を分離・摘出し、かつ所定の場所に格納するための方法の一例について説明する。

まず、第1のステップとして、試料基板を上記ステージ上に載置して観察領域

(試料片として分離・摘出すべき部分)を決定した後に、その周辺部の一部分を仮保持部として残し、イオンビームスパッタ法で分離・摘出が可能な試料片形状に加工する。

次いで、第2のステップとして、上記の仮保持部で試料基板に接続(仮保持)されたままの試料片を、上記の試料保持機構の先端部に取りつけられた根元部に比較して先端部が細く形成されかつ該先端部が2つに割れている構造の棒状部材からなるはり部材(以下、はり部材)の上記した2つに割れた先端部に上記試料片部分を押し込んで保持し、次いでこのはり部材を上記試料基板から引き抜くことによって上記試料片部分を上記試料基板から分離する。すなわち、試料片を保持する際、上記の先端部が2つに割れている形状部を押し広げながらそこに試料片を挿入する(挟み込む)ように棒状部材を動かして保持する。

次に、第3のステップとして、上記はり部材により保持された試料は、イオンビームスパッタ法により前記の仮保持部が除かれることによって、試料基板から分離された試料片とされる。

次いで、第4のステップとして、上記はり部材の戻り力(復元力)により挟み込み保持された試料片は、前記試料保持機構または試料台を相対的に移動させることで、試料基板から摘出される。

さらに、第5以降のステップでは、その目的や必要に応じて、上述の第4までのステップにより分離摘出された試料片に分析、計測、観察、加工等を施すことが出来る。ここでは、その代表例として、TEM観察を行なうための観察用試料片の作製方法について説明する。

すなわち、第5のステップとして、先の第4のステップにより分離摘出された試料片を、試料保持機構に設けられたはり部材を回転させる機能により、任意の角度に回転させる。上記の回転機能を用いることで、必要に応じて試料片を任意の角度に回転させ、イオンビームスパッタ法により、TEM観察に好適な試料片形状に追加工する。このTEM観察に適する試料片形状への追加工とは、例えば分離摘出した試料片の一部または全部をTEM観察が可能な厚さまで薄膜化した試料片形状への加工等である。なお、この第5のステップは、必要に応じて実施されれば良く、別の方法または工程によって試料片の薄膜化を行なう等の場合に

は、本ステップを実施する必要はない。例えば、後記する第6のステップ以降で試料片を試料片載置台上に保持した後にイオンビームスパッタ法を用いて試料片の薄膜化を行なう等の場合には、本第5のステップにおいては試料片薄膜化のための追加工を実施する必要はない。

次いで、第6のステップでは、例えば、前記試料台に備えられたTEM観察用の試料片載置台に前記試料片を載置する。TEM観察用の試料片載置台には様々な構成のものがあ、載置台の構成に応じて、適宜、適切な載置方法が採られるべきである。例えば、本発明では、予めイオンビームスパッタ法で試料片を挿入することのできる試料片挿入用溝付きの載置台を設ける。そして、上記はり部材によって、該はり部材そのものの元に戻る力によってそれが保持した試料片を、上記試料片載置台の上記試料片挿入用溝部へと移動させて、該試料片を上記溝内に差込んで固定した上で、該試料片が上記溝から抜け出ない方向へとはり部材を移動させる。これにより、上記試料片と上記はり部材とが分離され、上記載置台上に試料片を載置することを可能にしている。この他に、試料片の載置台上への載置方法には、例えば試料片と載置台との接触部にイオンビームアシストデポジション膜（デポ膜）を形成し、このデポ膜によって試料片を載置台上に接続固定させた後に、試料保持機構を動作させて、はり部材と試料片とを相対移動させることによって、はり部材と試料片とを分離する。この分離には、試料片の一部を載置台上に接続固定した状態で、試料片を保持しているはり部材の一部（試料片保持部分）をイオンビームスパッタ法により切除することにより、試料片とはり部材とを分離する（切り離す）方法を採用することも可能である。なお、以上の第6のステップまでは真空容器中（すなわち、真空雰囲気中）で実施することも可能である。すなわち、試料基板上の観察所望部分を決定し、該観察所望部分を試料片として試料基板から物理的力によって保持して取り出し、TEM用試料として薄膜化加工するまでの全ステップを真空容器内で実施することが可能である。

第7のステップは、試料載置台上に載置された試料片を該載置台ごと試料作製装置内から取り出し、該試料作製装置と併設又は別途に設けられたTEM装置を用いて、上記試料片に対する所望の分析、観察、計測等を行なうステップである。

なお、上記した第5以降のステップでは、TEM観察用試料片の作製に限らず、

同様の方法を用いて、他の様々な分析、観察、計測等を行なうための装置に合わせた試料片の作製が可能である。また、上記第5のステップにおいては、はり部材に保持された試料片を試料保持機構に設けた回転機構を用いることにより、その場で、試料片を任意所望の角度に回転させて分析、観察、計測等を行なうことが可能である。さらには、これらの分析、観察、計測等を行なうに際して、イオンビームスパッタ法による試料片の追加工法を採用することにより、試料片を任意に追加工しながらの分析、観察、計測を行なったり、この追加工の際に生じる2次イオンや、中性粒子、X線等の二次的発生物を分析、観察に使用することも可能である。さらにはまた、先の第4のステップ以降では、試料片を保持した試料保持機構又ははり部材を試料作製装置本体から分離脱着可能な構成とし、これら試料保持機構又ははり部材をTEM装置を代表とする他の分析装置等の試料保持用に共用化することで、試料基板から分離、摘出した試料片をこれら他の分析装置で分析、観察、計測するようにすることも可能である。この場合、分析時間の短縮を図れるばかりでなく、それらの他の分析装置での分析、観察、計測後に、再度、前記の試料作製（加工）装置に装着することで、イオンビームスパッタ法を用いた試料片の再加工や追加工を施すことも可能である。

次に、上記方法で用いているはり部材の構成、機能等について説明する。従来技術の項でも述べたように、従来技術による独立した2本の可動はりによる微小試料片の保持にあたっては、可動はり先端部の高精度な位置合わせ作業が必要である。しかも、先述のように、微小試料片の確実な保持が困難であると云う問題がある。これに対し、本発明では試料片を保持するためのはり部材先端部の位置合わせが本質的に不要であり、しかも、確実に試料片を保持することができる。具体的方法としては、はり部材先端部に挟み込んで試料基板から摘出した試料片を試料載置台上に設けた試料片挿入用の溝内に差し込んで保持させた上で、上記試料片を、上記はり部材から引き抜いて分離（切り離し）することにある。上記はり部材は、根元部に比較して先端部が細く形成され、かつ、該先端部が2つに割れている形状の棒状部材からなるはり部材であり、この2つに割れているはり部材先端部間に試料片を挟み込んで保持させることにより、圧電素子等を用いずして、上記はり部材先端部の弾性変形力によって試料片を保持させている。



上記はり部材の製作方法として、具体的には、予め電解研磨法又はエッチング加工法を用いて、棒状はり部材の先端部直径が数 $\mu\text{m}$ 程度となるように、尖鋭化加工する。さらに、この尖鋭化されたはり部材の先端部にイオンビームスパッタ法による溝加工を施して、先端部が複数（通常2つ）に分岐したはり部材を形成する。この際、粗加工時には照射イオンビームの電流値を大きくし、仕上げ加工時にはこの電流値を小さくすることにより精密加工が可能となる。予め電解研磨された探針（はり部材）をイオンビーム加工装置内に収納しておき、目的に応じてこの探針先端部を任意の形状に加工してやることことができる。この先端部を複数の分岐片を有する形状に加工されたはり部材の上記複数の分岐片間に微小試料片を押し込む（差し込む）ことにより、当該微小試料片を保持する。このように複数の分岐片間に保持される試料片は、はり部材自身（つまり分岐片自身）の弾性変形により発生する復元力により挟み込み保持されるので確実に安定した試料片の保持が可能となる。なお、上記のイオンビームスパッタ法により上記はり部材先端部に加工形成される溝の形状は、上記試料片を挿入し易くするために、溝の入口部の溝幅を溝内部の溝幅よりも広めに形成しておくのが、より望ましい。

上述したように、試料片を保持するための手段として本発明による上記構成のはり部材を採用することにより、その構造と製作方法とから非常に微小な試料片の保持のためのはり部材を容易に得ることができ、さらに、このはり部材先端部に上記した溝加工によって複数の先端部分岐片を当該はり部材本体と一体に形成するため、先端部分岐片として別物体を張り合わせて複数の先端部分岐片を構成する場合に比べて、微小な試料片を保持するためのはり部材先端部の位置合わせが全く不要である。

具体的なはり部材構成の一例として、2つの先端分岐片を有し、両先端分岐片間に幅 $W$ が $2\mu\text{m}$ で、長さ $L$ が $30\mu\text{m}$ の試料片挿入用溝部が設けられ、各先端分岐片の先端部直径 $S$ が $1\mu\text{m}$ で、根元部直径 $X$ が $3.5\mu\text{m}$ に加工形成されてなる2つの先端分岐片を有するはり部材を、本発明の方法によって作製することができる。従って、本発明による上記構成のはり部材は、従来技術における試料片保持上の問題点を解決し得ているものである。また、上記した微小試料片の保持に、上記した先端分岐片間への試料片の挟み込みに伴って当該先端分岐片

自身に生じる弾性変形力を利用しており、従来技術におけるように試料片の保持に際してイオンビーム照射によるデポ膜形成技法を用いないため、試料片の汚染要因が存在しない。つまり、本発明によるはり部材の先端分岐片間に挟み込んで保持されている試料片及びその近傍領域に汚染を生じさせる要因は原理的に存在しない。加えて、本発明による試料片保持手段は、はり部材先端部に形成された先端分岐片間に試料片を差し込んで、当該先端分岐片自身に生じる弾性変形力を利用して微小試料片を挟み込み保持させると云う簡単な動作にて試料片の保持がなされ得るのである。これにより、試料片を保持、摘出、格納するために必要な時間を短縮させることができ、ひいては、試料片の保持操作時のスループットを格段に向上させることができ、試料片作製の生産性を向上させ得る効果がある。具体的には、従来のTEM観察用試料片の作製方法では、試料基板から試料片を分離、摘出し、載置台上に格納(保持)させるまでに約1時間を、さらに試料片の薄膜化处理に約1時間を要していたが、本発明の方法により、試料基板から試料片を取り出して載置台上に格納(保持)させるまでに要する時間を約30分間に短縮できており、この試料作製のための所要時間短縮の効果は大きい。

本発明の上記以外の目的、構成、並びに、それによって得られる作用・効果については、以下の実施例を挙げての詳細な説明の中で順次明らかにされよう。

## BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

図1は、本発明の第一の実施例になる試料作成装置の基本的構成を示す断面模式図である。

図2は、図1に示した本発明の第一の実施例になる試料作成装置における試料保持機構部分の具体的構成を示す外観模式図である。

図3A、図3B、図3C、図3D、図3E及び図3Fは、図2に示した本発明の第一の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部分に使用されるはり状部材の先端部分の具体的構成例を示す模式図である。

図4A、図4B、図4C、図4D、図4E、図4F、図4G、図4H、及び図4Iは、図1に示した本発明の第一の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための工程図である。

図5は、本発明の第二の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部分に使用されるはり状部材の先端部分の具体的構成例を示す模式図である。

図6A、図6B、及び図6Cは、本発明の第三の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部分に使用されるはり状部材の先端部分の具体的構成例を示す模式図である。

図7A、及び図7Bは、本発明の第三の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部分に使用されるはり状部材の先端部分の具体的構成例を示す断面模式図である。

図8は、本発明の第四の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部分に組み込まれたはり状部材回転機構の具体的構成例を示す模式図である。

図9は、本発明の第五の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部分に組み込まれたはり状部材回転機構の具体的構成例を示す模式図である。

図10H、図10J、図10K、図10L、及び図10Mは、本発明の第六の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための模式工程図である。

図11は、本発明の第七の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための外観模式図である。

図12は、本発明の第八の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための外観模式図である。

図13は、本発明の第九の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための外観模式図である。

図14H、図14J、図14K、図14L、図14M及び図14Nは、本発明の第十の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための模式工程図である。

図15H、図15O及び図15Pは、本発明の第十一の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための模式工程図である。

図16Z、図16A、図16B、図16C、図16E、図16F、図16G、及び図16Hは、本発明の第十二の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための模式工程図である。

図17H、図17J、図17K、図17X及び図17Yは、本発明の第十三の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための模式工程図である。

図18Q、図18R、図18S、及び図18Tは、本発明の第十四の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部に用いられているはり状部材の先端部分の修復方法の一例を示す模式工程図である。

図19Q及び図19Uは、本発明の第十五の実施例になる試料作成装置の試料保持機構部に用いられているはり状部材の先端部分の修復方法の他の一例を示す模式工程図である。

図20は、本発明の第十六の実施例になる試料作成装置の基本的構成を示す断面模式図である。

図21A、図21B、図21C、図21D、図21E、図21F、図21G、図21H、図21I、図21J、図21K、及び図21Lは、本発明の第十七の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程を説明するための模式工程図である。

図22A、図22B及び図22Cは、本発明の第十七の実施例になる試料作成装置を用いての試料作製工程における摘出試料片の載置台上への固定載置方法の別の一例を説明するための模式工程図である。

## DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENTS

以下、本発明に係わるはり部材、および、該はり部材を用いた試料作製方法、並びに試料作製装置についての好適な実施例について、添付の図面を参照して、更に詳細に説明する。なお、図面中に示した同一の符号は同一物または類似物を表示するものとする。

### <実施例1>

図1に、本発明の一実施例になる試料片の分離、摘出が可能な試料作製装置、例えばイオンビーム加工による試料作製装置（以下、単に試料作製装置と云う）の基本的構成例を示す。

図1は、本実施例になる試料作製装置の概略断面構造を示しており、図1中、

1は観察すべき領域を含んだ試料基板であり、例えば半導体ウェハ、半導体チップ、またはガラス基板や結晶基板でも良い。本実施例では、試料基板1として半導体ウェハを例に説明する。2は試料基板1を載置して移動可能なステージを示す。本実施例では、X、Y、Z方向移動、回転、チルトの5軸移動機能を有するユーセントリック動作が可能なステージを使用した。3はイオンビームを発生させるイオン源とイオンビームを所定の位置に照射するためのイオンビーム光学系からなるイオンビーム照射光学装置であり、試料基板1から観察領域を含む試料片を分離、または分離摘出した試料片の加工を行うためのイオンビーム21を供給するものである。図1中の4は試料片を保持する試料保持機構で、その先端には、根元部に比較して先端部が細く、該先端部が試料を保持するための割れている形状を有する棒状部材からなるはり部材（以下、単にはり部材と云う）5が取り付けられている。試料片はこの棒状はり部材自身の弾性変形力によって保持される。さらに、試料保持機構4は、はり部材5を回転させる機能を備えており、試料片の保持、摘出時のはり部材5と試料片の位置合わせ等に用いる。図1中の6は、試料保持機構4を試料基板1に対して移動させる移動機構であり、本実施例ではX、Y、Zの3軸方向移動機能を有する移動機構を使用した。図1中の7は、ステージ2を内包しかつイオンビーム照射光学装置3および移動機構6が取り付けられた真空容器であり、該真空容器内は図示されていない真空排気装置により真空排気されて所望の真空状態を維持する機能を有している。また、移動機構6は試料保持機構4を分離脱着可能な機能を有し、試料保持機構4の分離脱着時に真空容器7の真空度を維持できるよう開閉式のバルブ（図示しない）を備えている。また、図中の41は試料片を格納するための載置台であり、本実施例ではステージ2の試料基板1が搭載される面上に配置されている。

図2に試料保持機構4の外観構造を示す。図2中に示すはり部材5は前述したとおりのはり部材であり、ホルダ8を介して、試料保持機構4先端のベースブロック9に接続されている。

また、はり部材5はホルダ8と分離脱着が可能である。前述のように試料保持機構4ははり部材5を回転させる機構を備えている。その回転機構は保護管10の内部に設けられている。保護管10は試料保持機構4を移動機構6から分離脱

着する際に、はり部材 5 及びはり部材 5 に保持された試料片をその内部に格納することで保護する機能を有する。具体的には、ベースブロック 9 と保護管 10 が相対的に移動して、ベースブロック 9 ごとはり部材 5 が保護管 10 内に格納される。図 2 中 11 は保護管 10 に取り付けられた真空シールのための O リングで、移動機構 6 装着時に真空容器 7 内の真空を保持するためのものである。図 2 中の 12 は、はり部材 5 を回転させる駆動源およびはり部材 5 の回転角を検出するためのエンコーダ、および、はり部材と該はり部材が保持する試料との接触を検知するための接触検知装置を内蔵した回転駆動機構部である。回転駆動機構部 12 に設けられた端子 13 は電源からの給電や、回転のための制御信号を本体である試料加工装置との間で受け渡しを行なうために設けられている。

次に図 3 A～図 3 F を用いてはり部材 5 について詳しく説明する。図 3 B は、はり部材 5 を拡大した外観図である。図中、14 は電気伝導性を有する金属はりであり、その先端部は、図 3 B に示すように、溝 17 によって分割されたはり状部 18 に加工されている。金属はり 14 は、同様に電気伝導性を有する金属はり固定軸 15 に、スポット溶接または導電性接着剤を用いて接続固定されており、金属はり 14 および金属はり固定軸 15 によってはり部材 5 が構成されている。また、金属はり固定軸 15 は前述のように分離脱着可能なホルダ 8 を介して試料保持機構 4 に接続されている。本実施例では、はり部材 5 の構成要素として電気伝導性を有する金属はり 14 と金属はり固定軸 15 とを例に挙げているが、金属はり 14 及び金属はり固定軸 15 の構成材料は金属に限定される必要はなく、例えば電気伝導性を有する導電性セラミックや導電性プラスチック、全く電気伝導性を有さないセラミックや、樹脂の如く絶縁性のものを用いても良い。後述するように、試料片を保持する溝 17 により分割されたはり状部 18 が試料片を保持するための弾性変形を行なえれば問題ない。図 3 B は、金属はり 14 の先端部を拡大した図である。金属はり 14 の先端には、金属はり 14 の根元部に比較して先端部が細くなる先細形状部分 16 が設けられており、本図では、その代表形状例として先端に向かって次第に細くなる先細形状部を示している。従って、この先細形状部 16 は、図 3 C 及び図 3 D に平面図で示すような曲線からなる先細形状部であってよい。さらに、この先細形状部 16 の先端部には、溝 17 によって

分割された分岐はり 18 が設けられている。この溝 17 により分割された分岐はり 18 は弾性を有しており、溝 17 中に挿入された試料片は、この分岐はり 18 の弾性変形により生じる保持力でもって挟み込み保持される。また、図 3 F に示すように、イオンビームスパッタ法により加工される溝 17 の形状は、試料片を挿入し易くするために、溝入口部の溝幅を溝内奥部の溝幅よりも広めに形成されているのがより望ましい。本実施例では、例えば図 3 D に示した形状で、直径が  $50\text{ }\mu\text{m}\phi$  のタングステン細針を金属はり部 14 に用い、直径が  $0.8\text{mm}\phi$  のタングステン細棒を金属はり固定軸部 15 に用いて、 $2\text{ }\mu\text{m}$  (図 3 D 図中の W)  $\times$   $30\text{ }\mu\text{m}$  (図 3 D 図中の L) なる形状寸法の溝部 17 を有し、それぞれ先端部直径が  $1\text{ }\mu\text{m}$  (図 3 D 中の S) で、根元部直径が  $3.5\text{ }\mu\text{m}$  (図 3 D 中の X) なる 2 本の分岐はり部 18 を持ったはり部材 5 を製作した。なお、図 3 A に示したはり部材 5 は金属はり部 14 と金属はり固定軸部 15 とで構成される必要は必ずしもなく、図 3 E に示すように金属はり部 14 と金属はり固定軸部 15 とを同一の連続部材 14' から構成してもよいことは言うまでもない。

はり部材 5 として上述の構成を用いることで下記の効果を得ることができる。第 1 に、はり部材 5 の構造が簡素なため、非常に微小な試料片保持のための保持手段を、複雑な構造を採ることなく、簡単な構造で得ることができる。第 2 に、試料片を保持する分岐はり部 18 は金属はり部 14 の先端部分に溝部 17 を形成することで得られる。このような溝部 17 の形成に依ることなく、独立した二枚の金属はり片を位置合わせしながら張り合わせて分岐はり部 18 を形成する場合に比べて、本実施例におけるように一体の金属部材からビーム加工によって 2 本の分岐はり部 18 を一体形成する場合には、両分岐はり部先端部間での位置合わせ作業が不要となる。第 3 に、試料片は溝 17 中に挿入され、分岐はり部 18 間に押し込まれることで保持されるため、単純な動作で試料片を保持できる。第 4 に、分岐はり 18 の弾性変形により試料片を保持するための十分な保持力を得ることができるため、試料片を安定かつ確実に保持できる。第 5 に、摘出する試料片の特性に合わせて、はり部材 5 の材質や形状寸法を選択することで、多種類の試料片の摘出要請にも容易に対応できる。第 6 に、分岐はり部 18 の形状寸法を摘出する試料片の形状寸法に合わせて選択形成することで様々な形状寸法の試料

片の摘出要請にも容易に対応できる。

次に、上記で説明した構成の試料片摘出手段を用いて試料片を摘出する方法について説明する。

試料基板1上の観察領域は、予め、CADデータや、光学顕微鏡像、SEM像、走査イオン顕微鏡像(以下SIM像)等により確認されており、必要に応じて摘出すべき部分(観察領域)を特定するためのマーキング等が施されている。この試料基板1上の特定された領域から観察すべき領域を含む試料片を分離、摘出するまでの工程を図4A～図4Iに示す。

工程A(図4A)：試料基板1上の試料片として分離、摘出すべき領域の近傍に集束イオンビーム(以下FIBと略記)21を用いて矩形穴20を加工形成する。本実施例では、矩形穴20として例えば $10\mu\text{m} \times 3\mu\text{m} \times 15\mu\text{m}$ (深さ)で、矩形穴間間隔 $30\mu\text{m}$ なる2つの平行配列された穴20を加工形成した。

工程B(図4B)：矩形穴20の一方から、FIB21を走査することで、垂直溝22を形成する。この時、垂直溝22は仮保持部23を残して加工形成され、該仮保持部23は分離されるべき試料片部分24を試料基板1に対して保持する役割を果たす。本実施例では、例えば、垂直溝22として、幅 $2\mu\text{m}$ 、長さ $28\mu\text{m}$ 、深さ $15\mu\text{m}$ の溝22を、仮保持部23としての幅 $2\mu\text{m}$ 程度の残留部分を残して加工形成した。

工程C(図4C)：ステージ2を傾斜させることで、試料基板1をFIB21に対して傾斜させる。FIB21を走査することで、垂直溝22に対向した位置に2つの矩形穴20間を結ぶ傾斜溝24を加工形成する。このとき、試料基板1はステージ2により傾斜されているため、FIB21により加工される傾斜溝24は垂直溝22と試料片の底部において繋がり、仮保持部23のみを残して他の全ての試料片周辺部分に切り込みが入れられた状態での試料片25が形成される。本実施例では、例えば、試料搭載ステージ2の傾斜角を $20^\circ$ として幅 $2\mu\text{m}$ 、深さ $15\mu\text{m}$ 程度の傾斜溝24を加工形成した。

工程D(図4D)：退避していた試料保持機構4(図示せず)を移動機構6(図示せず)により動作させ、はり部材5を試料片25に接近させる。図中には、はり部材5先端の金属はり14及び分岐はり18のみを示す。試料片25に接近せしめた



はり部材 5 は試料保持機構 4 に設けられた回転機構 (図示せず) により、分岐はり 18 が試料片 25 を保持できる好適な角度に姿勢調整される。具体的には、分岐はり 18 が試料片 25 を保持するのに好適な角度は、例えば  $15 \sim 65^\circ$  である。

工程 E (図 4 E) : 分岐はり 18 を移動機構 6 (図示せず) により動作させ、試料片 25 に接触させる。試料片 25 と分岐はり 18 との間の接触の有無の検知は、はり部材 5 を介して分岐はり 18 に印加した電圧の変化を検知することによって行なう。

工程 F (図 4 F) : 分岐はり 18 と試料片 25 との接触位置を基準にして、移動機構 6 (図示せず) によって、分岐はり 18 を図中の矢印 26 で示す如くステージ方向に移動させることで、分岐はり 18 に試料片 25 を保持させる。このとき、試料片 25 は分岐はり 18 の弾性変形で生じる保持力によって固定保持される。試料片 25 の保持力は分岐はり 18 の弾性変形量により決定されるため、本実施例では試料片 25 と分岐はり 18 の接触位置を基準にして分岐はり 18 の移動量を制御することで、試料片 25 の保持力を適正に保ち、かつ、安定で確実な保持を行わせる。本実施例では、例えば、分岐はり 18 の矢印 26 の方向への移動量を  $3 \mu\text{m}$ 、分岐はり 18 先端部の弾性変形量を  $0.5 \mu\text{m}$  (分岐はり 1 本当たり) として、試料片 25 の保持力として  $1.3 \times 10^{-5} \text{ kg}$  を得た。

工程 G (図 4 G) : 仮保持部 23 に FIB 21 を再度照射・走査し、試料片 25 を試料基板 1 から分離する。この工程では、試料片 25 は分岐はり 18 により保持固定されているため、仮保持部 23 を FIB 21 により切除しても、静電気力で試料片 25 が飛ばされて失なわれてしまう等の問題は生じない。

工程 H (図 4 H) : 上記の工程 G において試料基板 1 から分離された試料片 25 を、移動機構 6 (図示せず) により試料保持機構 4 (図示せず) を移動動作させて、試料基板 1 から引き離して分離摘出する。

以上説明の方法および工程によって、試料片 25 は、試料基板 1 から分離摘出される。この後、分離摘出された試料片 25 に対して、必要に応じて様々な処理を施すことが可能である。一例として、本実施例では、TEM 観察用試料片作製のために、次の薄膜化加工工程 I (図 4 I) を施している。

工程 I (図 4 I) : 試料基板 1 から分離摘出した試料片 25 をはり部材 5 先端部

の分岐はり18間に挟み込み保持した状態で、試料片25にFIB21を照射・走査して、試料片25を薄膜化加工するための切欠き部27を試料片25の両側面部に形成する。これにより、試料片25の薄膜化処理が行なわれる。本工程Iを実施することで、試料片25を試料基板1から分離摘出した後に、試料片25の薄膜化処理を行なうことができ、容易にTEM観察用の薄膜化された試料片を得ることができる。

上記の試料片薄膜化加工の他に、上記した工程I以降においては、摘出試料片25に対し、必要に応じて他の様々な加工処理を施すことが可能である。具体的には、上記の工程H又は工程Iの状態から、図2に示した試料保持機構4の保護管10の内部にはり部材5によって保持されたままの状態での試料片25を格納する。続いて、移動機構6上に設けられた試料保持機構4を動作させて、保護管10内に格納保持された状態の試料片25を真空容器7外へ取り出す際には、真空容器7内の真空度を維持するための開閉式真空バルブを介して、試料片25を収納した保護管10を含めての試料保持機構4全体を真空容器7外に取り出す。これにより、試料片25は始めて大気中に取り出される。この大気中に取り出された試料片25は、試料保持機構4を分離脱着可能な機能を有する移動機構4と同様の機能手段を備えた分析、観察、加工等の可能な任意の観察・計測装置内に装着され得る。この分析、観察、加工等が可能な観察・計測装置としては、例えばTEM装置、SEM装置、FIB装置等がある。本実施例では、上記の工程Iの状態から、上記したような更なる後続工程によって、TEM装置の試料室内に試料保持機構4と共に試料片25を装着させた。続いて、試料片25は試料保持機構4が有する回転機構によりTEM観察に好適な角度に回転調整して、試料片25内に形成されている半導体デバイス等の観察を実施した。また、上記で説明した工程を逆に実施することで、一度大気中に取り出された試料片25を、再び前記した試料作製装置（試料加工装置）の真空容器内に装着して、試料片25に所望の追加工を施すことも可能である。さらにまた、試料片25を保持した状態ではり部材5をホルダ8から分離し、他の任意の試料加工・処理装置内に試料片25を装着することで、試料片25に対し上記と同様の加工・処理を施すことが可能である。

上記した本実施例による試料片摘出手段および試料片摘出方法を用いることによって、従来の試料片摘出方法に比較して、次のような一段と優れた効果を得ることができる。すなわち、本実施例では、試料基板から試料片を摘出する工程において、試料基板及び試料片に与える汚染を最小限に抑えて試料片摘出のための各種の加工処理ができるがため、第1に、所要部分の試料片を摘出した後の試料基板を後のデバイス製造工程に使用しても、試料片摘出時の基板汚染に起因してのデバイス不良を招来することが無い。第2に、試料片摘出後の試料基板を後のデバイス製造工程を担うべき製造装置内に装填使用しても、当該製造装置を汚染する要因とはならない。第3に、摘出試料片の分析の際にも、上記した如く試料片の汚染が殆ど無いがため、分析精度に悪影響を与えず、高精度な分析が可能になる。第4に、試料基板上のすでに試料片を摘出した領域の近傍領域を再度分析対象領域として選定し、該選定領域内からの新たな試料片の摘出を行なっても、先の試料片摘出に際してその試料片摘出部分の近傍領域（上記した新たな試料片摘出のための選定領域）に対して汚染を生じさせる要因が少ないがために、この新たな摘出試料片の汚染も殆ど無く、従って、この新たな摘出試料片の分析に際しても、試料片汚染に起因する分析精度低下等の問題は生じない。第5に、デバイス製造のための各々の工程を対象として同じ1枚の試料基板から試料片を随時摘出して分析することが可能となり、従ってデバイス製造のための各々の工程においてデバイス性能に与えられるであろう影響について、客観的に、しかも精確かつ効率良く分析し、把握することができる。第6に、摘出試料片の保持が、はり状部材の先端部に溝加工によって分割形成された複数の分岐はり部の弾性変形力を利用して行なわれることで、試料片の保持、摘出、格納工程の簡素化が図られることから、安定かつ迅速な試料片の保持及び摘出が可能となる。

## <実施例2>

本発明の別の実施例について説明する。図5は、はり部材5を構成する金属はり部材14の先端部に溝により分割形成される分岐はり部の上記とは別の構成例について示している。図5中の14は電気伝導性を有する金属はり部材であり、その先端部には当該金属はり部材14の根元部に比較して先端部が細く形成されてなる先細形状部16が設けられている。さらに、この先細形状部16の先端部

には2方向の溝28、29によって4本に分割された分岐はり部30が加工形成されている。先の実施例1で説明したように、この先細形状部16は、図3C、図3Dに平面図示したような曲線状の先細形状部であってもよく、また先の実施例1と同様に、本実施例においても、はり部材14は必ずしも金属材料からなるものに限定される必要はなく、例えば、電気伝導性を有する導電性セラミックや導電性プラスチック、さらには、全く電気伝導性を有しないセラミックや樹脂等を用いてもよく、要は、溝28、29により分割形成された複数本のはり部30が試料片を保持するための弾性変形を行ない得るものであればよい。

本実施例による上記構成のはり部材5を用いることにより、先に実施例1において図3A～図3Fを用いて説明したはり部材構成に比較して、以下のような優れた効果を得ることができる。

第1に、試料片を挿入するための溝が異なる2方向に形成されているがため、試料片を保持する際の試料片と該試料片を挿入するための上記溝との間の位置合わせをより小さい回転量の回転でもって達成させることができる。第2に、試料片を保持固定するための溝により分割形成された「分岐はり部」として、より細かい分岐はり部30を得ることができる。このため、試料片保持時の分岐はり部の弾性変位量をより大きく採ることができ、単一の試料片保持手段でもって、より広範囲の形状寸法の試料片の保持要請に対応可能である。第3に、試料片と分岐はり部との接触点を多くとることができるため、より安定な試料片の保持が可能となる。第4に、溝28と溝29とを互いに異なる溝幅とし、保持すべき試料片に対してどちらか一方の溝を選択することで、異なる幅寸法を有する試料片の保持を一つの試料片保持手段でもって行なわせることができる。第5に、溝28と溝29との溝幅を互いに異なる幅とすることで、一つの試料片保持手段に断面形状の異なる複数の分岐はり部を形成することができるため、試料片保持時の分岐はり部の弾性変形量を選択することができ、結果的に、試料片に対する保持力を選択することが可能となる。また、本実施例では、溝によって分割された分岐はり部30として、4つに分割形成された分岐はり部を形成する場合を例にとって説明したが、分岐はり部の数および形成される溝の数や溝幅寸法、さらには溝形状等は、任意に選択できるものであることは言うまでもない。従って、溝により

分割された分岐はり部が3つ股構成である場合や、さらにそれ以上の数に分岐された分岐はり部とした場合においても、上記と同様の効果を得ることができる。

### <実施例3>

図6A～図6Cは、はり部材5の先端に溝により分割された分岐はり部を製作するための方法を説明するための図である。本実施例では、図5に示した形状のはり部材を製作する場合を例に採って、溝28、29により分割形成された分岐はり部30を作製する方法について、図6A～図6Cに示した工程図を用いて、具体的に説明する。

まず、電解研磨法又はエッチング加工法によって、金属はり部材14の先端部に、根元部分に比べ先端部分が細い先細り形状部16を加工形成する(図6A)。本実施例では、金属はり部材14に直径 $50\mu\text{m}\phi$ のタングステン細針を用い、その先端部に電解研磨法による研磨加工を施して、先端部直径が数 $\mu\text{m}$ 程度以下の先細り形状部16を加工形成した。

次いで、この先細り形状部16を有する金属はり部材14を、前述の試料保持機構4にホルダ8を介して取り付け、この先端部分が円錐形状に先細り加工された金属はり部材14を保持した試料保持機構4を、先の実施例1で説明した試料作製装置としてのイオンビーム加工装置内に装填し、上記の先細り形状部16の先端部がFIB21の照射範囲内に入るように位置決め設置する。続いて、この先細り形状部16の先端部分にFIB21を照射・走査する。これにより、まず溝28が形成され、この溝28により2つに分割された分岐はり部30'が形成される(図6B)。すなわち、この段階で、先の実施例1で図3Bに示した2分割形の分岐はり部18に相当した分岐はり部30'が得られる。つまり、図6B中の溝28、分岐はり部30'が、それぞれ図3B中の溝17、分岐はり部18に対応している。

次に、金属はり部材14を図示しない試料保持機構4に設けられた回転機構を用いて90度回転させて、さらに、FIB21を照射・走査して、溝29を形成することにより、この溝29により上記した2本の分岐はり部30'のそれぞれが更に2分割されて、合計4本に分割された分岐はり部30が得られる(図6C)。すなわち、2つの溝28、29により先細り形状部16が4つ分割されて、合計

4本の分岐はり部30が得られる。また、必要に応じて、分岐はり部30の外周部にFIB21を照射・走査することによって、分岐はり部30の外周部を所望形状に整形してやることができ、それによって任意所望形状の分岐はり部30を得ることができる。

上記の方法を用いてはり部材先端部の溝により分割された分岐はりを製作することで、微小な分岐はり部を比較的容易に、短時間で、精度良く製作することが可能である。また、本実施例では、分岐はり部として、図5に示したはり部材の作製方法を説明したが、同様の方法により複数の溝を形成することで、この複数の溝により分割形成された複数の分岐はり部を自由に製作可能である。

次に、上記の方法を用いて作製した溝により分割形成された分岐はり部の形状の一例について、図7A、図7Bを用いて説明する。

図7Aは、図7B中に点線で示した仮想平面65上を矢印66で示す方向から見た断面図を模式化したものである。図7A中の記号Hは分岐はり部18の根元部の高さ、Lは分岐はり部の長さ、Bは分岐はり部の幅、Yは分岐はり部先端を基準として分岐はり部の長さ方向Xの位置における分岐はり部の高さをそれぞれ示している。上記の各記号で表される寸法が、下記の(1)～(3)式により定まる形状のはりを「平等強さはり」と言い、具体的には、はりの先端部に荷重Wが加わったときに、当該はりの任意の断面に生じる曲げ応力が等しくなる形状のはりが「平等強さはり」である。

$$Y = (6 \cdot W \cdot X / B \cdot \sigma)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$H = (6 \cdot W \cdot L / B \cdot \sigma)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$V = 8 \cdot W \cdot (L/H)^3 / B \cdot E \quad \dots\dots\dots (3)$$

ただし、ここで、 $\sigma$ は、はりに生じる一様な曲げ応力を示し、本実施例では金属はり部を構成する材料の0.2%耐力に相当する。また、(3)式中のVは、はり先端部の変位量を、また、(1)～(3)式中のWは変位量Vが生じたときに、はり先端部に生じる荷重を示している。

試料片の保持時に分岐はり部に生じる曲げ応力 $\sigma$ が、分岐はりの各断面で一様であり、かつこの $\sigma$ 値が分岐はり部を構成する材料の0.2%耐力以下となるように、上記の(1)～(3)式で示された条件を近似的に満たす分岐はり部を作製し、

繰り返し安定的な試料片の保持が可能な分岐はり部形状を得ている。このような平等強さはりは外形が理想形状のものであるが、これに近い外形形状のものでも例えば図3Dのような電解研磨で作られた先端部から根元部にかけて単調増加のカーブ形状のものであってもよい。本実施例で作製した分岐はり部は、例えば、はり部材の材質をタングステンとし、このタングステン材の先端部に電解研磨法を用いて外形寸法が先端部から根元部にかけて単調増加した先細り形状部を形成して、この先細り形状部に溝により分割された分岐はり部を形成してなるものであり、分岐はり部の根元部の高さHを $3.3\mu\text{m}$ 、分岐はり部の長さLを $29.5\mu\text{m}$ 、分岐はり部の根元部の幅B（上式中のB寸法に近似的に相当）を $4.4\mu\text{m}$ とし、分岐はり部先端の変位量が $0.5\mu\text{m}$ の条件下で、分岐はり部の弾性変形による試料片保持力（分岐はり1本当たり）として $1.3 \times 10^{-5} \text{ kg}$ を得ることが出来るように構成された分岐はり部である。

上記で説明した分岐はりの形状を用いることにより、以下の効果を得ることが出来る。第1に、試料片の保持時に分岐はり部に生じる曲げ応力を分岐はり部を構成する材料の0.2%耐力以下に抑えてあるため、分岐はり部に塑性変形が生じず、寿命の長い分岐はり部を得ることができる。第2に、分岐はり部の弾性変形領域内にて試料片を保持することが出来るため、繰り返し、安定的な試料片保持を行ない得る。第3に、試料片の保持力を予め予測して設計できるため、試料片の特性に合わせて所望構造の分岐はり部を選択作製し、使用できる。

#### <実施例4>

本発明のさらに別の実施例について説明する。図8に、試料保持機構4に付設されたはり部材5を回転（傾斜）させるための回転機構の一構成例を示す。図8中の31は、回転駆動機構部12（図示せず）中に設けられた回転駆動源の回転力を送りねじ機構（図示せず）により併進運動力に変換して、この併進運動力により併進運動せしめられる駆動ロッドであり、この駆動ロッド31に駆動ワイヤ32の一端が固定接続されている。この駆動ワイヤ32は、はり部材5が取り付けられたホルダ8の端部に設けられたプーリー33に駆動ロッド31の併進運動力を伝達するための駆動力伝達要素であり、駆動ロッド31の併進運動力をプーリー33を介して再び回転運動力に変換して、この回転運動力によってはり部材5を

回転傾斜させる。はり部材5はホルダ8に取りつけられた転がり玉軸受け34を介して円滑な回転運動を行ない得る。図中の35は、ワイヤ32の軌道を保つための軌道修正用のプーリーであり、また、36はワイヤ32の張力を一定に保持するための板バネを用いた張力維持機構である。

はり部材5を回転・傾斜させるために、上記構成の回転機構を用いることで、次のような効果を得ることができる。第1に、はり部材5は、試料保持機構4の軸線に対して、任意の傾斜角度でもって取り付けることができるため、試料保持機構4の本体装置（試料作製装置としてのイオンビーム加工装置等）への据付け角度によらず、試料片を保持するのに好適な角度にはり部材5を配置することが可能となる。本実施例では、試料片を保持するためのはり部材5と試料片との間の傾斜角度を50度とした。なお、この試料片に対するはり部材5の傾斜設置角は、上記した50度に限らず、試料基板1上から試料片25を保持して摘出するのに好適な任意の角度に設定できるものである。ここで、試料片25を保持摘出するために好適な試料片25に対するはり部材5の傾斜角度とは、はり部材18が試料基板1及びイオンビーム光学系3には接触せずに、試料片25表面だけに接触できるような角度であり、また、SIM像等を利用して観察しながら試料片25の保持摘出を行なう場合には、上記条件に加えて、はり部材5と試料片25との接触部がSIM像取得の際に死角とならないような角度範囲内に設定される必要がある。具体的には、イオンビーム光学系などの他の装置部分の配置構成によって様々ではあるが、おおよそ15～65度の範囲内の傾斜角度に設定されるのが望ましい。第2に、上記の回転機構は、ワイヤ32がプーリー33を摩擦力を介して駆動する構成であるがため、バックラッシュが小さく、確実に回転力を伝達でき、また、はり部材5の回転量の検出精度を高く維持できる。本実施例では、この回転量の検出にロータリーエンコーダを用い、回転量検出分解能として0.1度以下を得ている。第3に、上記回転機構は、はり部材5側と駆動ロッド31側との間をワイヤ32で連結しているがため、駆動ロッド31よりも下流側の機構部分の温度変化によるドリフトの影響を受け難く、安定した試料片の保持が可能である。本実施例ではこのドリフト量として $0.5\mu\text{m}/\text{min}$ 以下を確保できている。また、本実施例では、はり部材5を試料保持機構4の軸線に対して



傾斜角度をもって取り付け例について記載したが、この傾斜角度を設けなくても、試料保持機構4そのものを、はり部材5が試料片を保持摘出するのに好適な傾斜角度範囲内となるように傾斜させて設置できる場合には、試料保持機構4とはり部材5を同軸構成としても何ら差し支えない。

#### <実施例5>

本発明のさらに別の実施例について説明する。図9は、試料保持機構4に取り付けたはり部材5を回転させるための回転機構の上記とは別の構成例を説明するための図である。図中の37は、回転駆動機構部12(図示せず)中に設けられた回転駆動源の回転力を伝達するための回転駆動ロッドであり、自在継ぎ手38, 39を介して、ホルダ8に接続固定されたはり部材5を回転させる。自在継ぎ手38, 39は単独では等速性を持たないので、本実施例では、2つの自在継ぎ手38, 39を組み合わせることで、継ぎ手の等速性を確保している。また、図中の40は、自在継ぎ手38, 39の回転により生じる自在継ぎ手間の距離の変動を吸収するためのスライダである。回転機構として、上記の構成を採ることで、以下の効果を得ることができる。第1に、先の実施例4に示した回転機構構成の場合と同様の理由により、はり部材5を保持摘出すべき試料片部分に対して好適な傾斜角度にて配置することができる。第2に、上記回転機構は、回転駆動機構部12に設けられた駆動源の回転力を他の運動方向に変換することなく、はり部材5に伝達できるため、伝達機構が簡素になり、安価に回転機構を実現できる。第3に、上記回転機構は、はり部材5とスライダ40を介して連結されるため、回転駆動ロッド37より下流側の機構の温度変化によるドリフトの影響を受け難く、安定した試料片の保持が可能となる。また、本実施例では、はり部材5が試料保持機構4の軸に対して角度を有する例について記載したが、試料保持機構4そのものをはり部材5が試料片を保持するのに好適な角度に設置できる場合は、試料保持機構4とはり部材5とを同軸構成としても差し支えない。

#### <実施例6>

本発明のさらに別の実施例について説明する。本実施例では、先の実施例1で図4Hに示した工程H以降に(但し、工程Iの加工工程は踏まずに)実施される分離、摘出された試料片25を載置台上に載置する方法および工程について、図

10H, 図10J～図10Mを用いて説明する。

工程H(図10H)：先の実施例1における工程H(図4H)と同様に、それまでの工程A(図4A)～工程G(図4G)によって試料基板1から分離された試料片25を、移動機構6(図示せず)により試料保持機構4(図示せず)を動作させることによって、試料基板1から引き離して分離・摘出する。

なお、本実施例6では、先の実施例1における次の工程I(図4I)に対応する工程は踏まずに、次の工程Jに移る。

工程J(図10J)：ステージ2(図示せず)または移動機構6(図示せず)の何れかまたは双方により試料片25を載置台41上に移動させる。載置台41には、予めFIB21によるイオンビームスパッタ法を用いて試料片25に合わせた溝42が加工形成されている。続いて、この溝42に試料片25を挿入出来る姿勢にはり部材5を回転させ、位置合わせを行なう。

工程K(図10K)：移動機構6(図示せず)により、矢印43で示す如く載置台41の方向にはり部材5を移動させて、試料片25を溝42内に圧入する。この試料片25を保持するための載置台41の構造例を、図11, 図12, 図13に示す。図11～図13に示す如く、試料片25を圧入(挿入)するための溝42は、その溝幅が試料片25を圧入する方向に向かって次第に狭くなるように形成されており、試料片25は、この溝幅縮小部分に押し込まれることによって保持される。

工程L(図10L)：本工程Lでは、載置台41上に固定保持された試料片25とはり部材5先端部との分離(引き離し)を行なう。具体的には、はり部材5に対して載置台41を相対移動させることによって、試料片25をはり部材5先端部から引き離し分離する。なお、その際に、試料片25のはり部材5先端部からの引き離し移動に伴なって試料片25が溝42内から抜け出してしまうようにするために、試料片25を載置台41上に載置した際の試料片25の移動方向(矢印43で示す方向)とは異なる方向(例えば図中の矢印44で示す方向)に載置台41を移動させて、はり部材5と試料片25の分離(引き離し)を行なう。

工程M(図10M)：本工程Mでは、載置台41上に固定保持された試料片25にFIB21を照射・走査して、試料片25の両側面に切欠き部45を形成する

ことにより、試料片 2 5 の薄膜化を行なう。すなわち、ここで、先の実施例 1 における工程 I (図 4 I) と同様の薄膜化加工を行なう。これにより、TEM 観察に適した厚さに薄膜化された試料片 2 5 を得ることが出来る。さらに、この薄膜化された試料片 2 5 を載置台 4 1 ごと試料加工装置外に取り出して、TEM 装置の試料室内に再装填することによって所望の TEM 観察を実施することが出来る。

なお、当然のことながら、先の実施例 1 における工程 I (図 4 I) に示したように、本実施例における工程 M (図 4 M) は、試料片 2 5 を載置台 4 1 上に固定する前に実施してもよい。

上記した本実施例による方法を採用することによって下記のような効果を得ることができる。

第 1 に、本実施例による試料片の載置方法においては、試料基板 1 からの試料片 2 5 の分離・摘出に際して、従来技術におけるように、イオンビームアシストデポジション膜の形成によってはり部材 5 の先端部を摘出すべき試料片 2 5 上に接着固定させる技法を用いていないので、試料基板 1 や試料片 2 5 に対し汚染を与えることが無い。同様に、分離・摘出された試料片 2 5 を試料載置台 4 1 上に載置(固定保持)させる際にも、イオンビームアシストデポジション膜形成により試料載置台 4 1 上に試料片 2 5 を接着固定させる技法を用いていないので、やはり試料基板 1 や試料片 2 5 等に対して汚染を生じさせることが無い。このため、試料載置台 4 1 が試料基板 1 と同じ真空容器内に配置されていたり、さらには、試料基板 1 に接近して配置されている場合でも、試料基板 4 1 や試料片 2 5 等に汚染を生じさせることが無い。

第 2 に、本実施例においては、試料片 2 5 を、試料基板 1 から分離・摘出したり、試料載置台 4 1 上に固定・保持させたりするための手段には、すべて物理力を利用した手段を用いており、従来技術におけるように、イオンビームアシストデポジション膜形成等の化学反応を利用した手段を用いていないので、装置周囲に対しても殆ど汚染を生じさせない。また、装置内に汚染要因となるものを全く持ち込まずに試料片の摘出および載置ができるため、装置自体の内部空間を汚染させることも無い。

第 3 に、本実施例による試料載置方法においては、試料載置台上に設けた溝内

に試料片を挿入固定するだけの極めて簡便な方法により、TEM観察用の試料を作製できるため、TEM観察用の試料を容易にかつ短時間で得ることができる。

#### <実施例7>

本発明のさらに別の実施例を示す。図11に、先の実施例6において使用した試料載置台の別の構成例を示す。図中の46は、試料片を保持するための板バネであり、試料載置台41にイオンビームスパッタ法等による加工手段を用いて、溝47、49を加工することで製作されたものである。この板バネ46は、厚さが1~3 $\mu$ m、高さが5 $\mu$ m程度の湾曲した形状を有する板バネで、その両端部は載置台41につながっている。前述の方法によりはり部材5に保持された試料片25を溝47内に挿入する際に、試料片25は板バネ46とこれに対向する溝47の側壁面48とに接触する。この時、試料片25は板バネ46の弾性変形により発生する押圧力により溝47の側壁面48に押し付けられるがため、確実に載置台41上に固定保持される。

#### <実施例8>

本発明のさらに別の実施例を示す。図12に、先の実施例6において使用した試料片を載置するための載置台のさらに別の構成例を示す。図中の52、53は載置台41上に載置された試料片25(図中の点線で示す)をその弾性変形により保持するための保持はりである。試料片25は、先述した方法によって保持はり52、53間に形成された試料片25の幅よりも狭い間隙幅を有する隙間54内に挿入することにより保持される。この試料片25の隙間54内への挿入により保持はり52、53が弾性変形することによって、試料片25を保持するための保持力が得られる。なお、図12では、保持はり52、53として、隙間54を挟んで対称な形状に形成された保持はりを用いる場合について示したが、これら2つの保持はりの形状が相互に異なっていてそれぞれの弾性変形により得られる保持力が異なっている場合でも上記と同様の保持効果が得られる。さらに、一方の保持はり52は弾性変形せず、他方の保持はり53の弾性変形による保持力のみにより試料片の保持を行わせるように構成してもよい。

図中の55は、載置台41上に設けられた突起部であり、保持はり52、53間の隙間54内に挿入保持された試料片25からこの試料片25を保持している

はり部材5(図示せず)を分離する(引き離す)際には、はり部材5を上記の突起部55の方向へ移動させることによって試料片25から分離する(引き離す)ようにする。そうすることによって、はり部材5の移動(引き離し)に伴って隙間54内から抜け出そうとする試料片25の一端を当該突起部55に当接させることによって、試料片25の隙間54内からの抜け出しを防止してやることができる。つまり、突起部55は、試料片25が隙間54内から抜け出すの防止するためのストッパとしての役割を果たしている。

本実施例における上記構成の載置台を用いることにより、観察、加工等の対象となる試料片25の両側面部が載置台41の構成部材の影に隠れてしまうことの無い状態での載置が可能となる。これにより、先に示した載置台構成により得られる効果に加えて、さらに、以下に示すような効果をも得ることが出来る。第1に、先の実施例6において工程M(図10M)に示した試料片の薄膜化加工を試料片の高さ方向全域にわたって実施できる。第2に、薄膜化加工を施した試料片をTEM観察用の試料片として用いる場合、先述した載置台構成の場合に比較して観察範囲をより広く取ることが出来る。第3に、高さ寸法の小さい試料片も確実に載置することができるため、より微小な試料片の載置に対応できる。第4に、高さ寸法の小さい試料片をも載置できることから、試料基板から分離・摘出する試料片の高さ寸法も小さくてもよく、結果として、分離・摘出のための加工時間を短縮でき、試料片作製の効率を向上させることが出来る。なお、本実施例では載置台41上に設けた保持はり52、53および突起部55はイオンビームスパッタ法により作製したが、これらは必ずしもイオンビームスパッタ法により作製される必要はなく、上記の条件を満たすならば、エッチング法、またはリソグラフィ法により作製することも可能である。

#### <実施例9>

本発明のさらに別の実施例を示す。図13に、先の実施例6において使用した試料片を載置するための載置台のさらに別の構成例を示す。図中の56は載置台41に設けられた切欠き部であり、この切欠き部両端側の突起部には試料片25(図中点線で示す)を挿入保持するための溝57、58が設けられている。本実施例では、予めエッチング加工法により切欠き部56を形成した載置台を用意し、

載置する試料片の幅寸法に合わせて、溝 5 7, 5 8 をイオンビームスパッタ法により加工形成することにより上記した構成の載置台を製作した。先に述べた方法により、試料片 2 5 はその両端が溝 5 7, 5 8 中に挿入されるようにして載置台上に載置される。試料片 2 5 とこれを保持したはり部材 5 (図示せず) との分離の際には、はり部材 5 を溝 5 7, 5 8 の何れか一方の方向に移動させる。その結果、試料片 2 5 は溝 5 7, 5 8 によってはり部材 5 の移動方向への動きを規制されるため、載置台 4 1 上から外れることが無く、確実、かつ安定に載置される。上記構成の載置台を用いることにより、観察・加工等に用いられる試料片 2 5 の両側面が載置台 4 1 の構成部材の影に隠れることが無い状態での載置が可能となる。従って、先の実施例 8 において説明したのと同様の効果を得ることが出来る。

#### <実施例 10>

本発明のさらに別の実施例を示す。本実施例では、先の実施例 1 における工程 H (図 4 H) 以降において実施される分離・摘出された試料片 2 5 を載置台 4 1 上に載置するためのさらに別の方法および工程について、図 1 4 H, 図 1 4 J ~ 図 1 4 N を用いて説明する。

工程 H (図 1 4 H) : 本工程は、先の実施例 1 における工程 H (図 4 H) と同じであるので、ここでの具体的説明は省略する。なお、必要に応じて、先の実施例 1 における工程 H (図 4 H) についての説明を参照されたい。

また、先の実施例 1 においては、上記工程 H の後に、図 4 I に示された工程 I を実施したが、本実施例においては、この工程 I に対応する工程はここでは実施せずに、次の工程 J に移る。

工程 J (図 1 4 J) : ステージ 2 (図示せず) 及び移動機構 6 (図示せず) の何れか一方または双方を動作させて、摘出試料片 2 5 を載置台 4 1 上に移動させる。

工程 K (図 1 4 K) : 移動機構 6 (図示せず) により矢印 4 3 で示される載置台方向にはり部材 5 を移動させ、試料片 2 5 を載置台上に接触させる。試料片 2 5 と載置台 4 1 の接触検知は、予め試料保持機構 4 (図示せず) を介してはり部材 5 に一定の電圧を印加しておき、この印加電圧の変化を試料片 2 5 を介して検知することにより、試料片 2 5 と載置台 4 1 との接触の有無を検知する。

工程 L (図 1 4 L) : 試料片 2 5 と載置台 4 1 の接触部にイオンビームアシスト

デポジション膜形成用の原料ガス50を供給しながら、この供給原料ガス50にFIB21を照射・走査することによって、試料片25と載置台41との接触部にイオンビームアシストデポジション膜51を被着形成し、この膜を介して両者間の接続固定を行なう。

工程M(図14M)：上記工程Lで被着形成されたイオンビームアシストデポジション膜を破壊しないようにして、図中の矢印44で示される方向にはり部材5を移動させて、はり部材5と試料片25の分離(引き離し)を行なう。

工程N(図14N)：載置台41上に接続固定された試料片25にFIB21を照射・走査して、切欠き部45を試料片25の両側面に切欠き部45を形成する。この切欠き部45の形成によって試料片25の薄膜化加工がなされ、TEM観察用の試料片を得ることが出来る。さらに、この薄膜化された試料片25を載置台41ごと取り出して、TEM装置内に装填することにより、即座にTEM観察を実施することが出来る。なお、当然のことながら、本実施例におけるこの工程Nは、先の実施例1における工程I(図4I)のように摘出試料片25を載置台41上に固定保持させる前に行われてもよいことは言うまでもない。

また、本実施例では試料片25を挿入固定するための溝等が設けられていない載置台41を用いる場合を例に採って説明したが、載置台41上に試料片を挿入固定するための溝や、載置台41上からの試料片の離脱を防止するため突起部等を設けることにより、より安定した試料片の接続固定を行なわせることも出来る。

上記した本実施例による摘出試料25の載置台41上への載置方法を採用することにより、次のような優れた効果を得ることが出来る。第1に、摘出試料片の載置台上への接続固定のために予め載置台上に試料片挿入用の溝を形成しておく等の特別な前加工を施してやる必要がなく、任意形状の載置台上に試料片を直接載置することが可能である。第2に、試料片と載置台の接続固定にイオンビームアシストデポジション膜を用いることにより、両者間の高い接続強度を得ることが出来るため、載置台上に接続固定後の試料片からのはり部材の引き離し分離を確実かつ安定に行なうことができ、さらには、試料片を載置した状態での載置台のハンドリングが容易となる。第3に、載置台の形状を選ばず、任意形状の載置台を用いることが出来るため、載置台を安価に供給でき、さらには、TEM装置

等の任意の観察、計測または加工装置内に容易に取り付けることが可能となる。

### <実施例11>

本発明のさらに別の実施例を示す。本実施例では、先の実施例1で示した工程H(図4H)以降に実施される分離・摘出された試料片25を保持したまま多面的な観察、計測、加工を行なう方法及び工程について、図15H、図15Oおよび図15Pを用いて説明する。

工程H(図15H)：本工程は、先の実施例1における工程H(図4H)と同じであるので、ここでの具体的説明は省略する。なお、必要に応じて、先の実施例1における工程H(図4H)についての説明を参照されたい。

工程O(図15O)：試料基板1から分離・摘出した試料片25を、はり部材5を回転させることで、任意の角度に姿勢調整する。この状態での試料片の観察には、例えばSIM像を用いることができるが、必要に応じて、より観察分解能が高い例えば電子ビームを用いて得られる顕微像を用いることで、SIM像よりも高分解能での観察を行なうこともできる。また、当然のことながら、試料片25を回転させながらの観察も可能である。また、電子ビーム等による観察に際しては、必ずしも実施例1で説明したような本発明による試料作製(加工)方法および装置を使用して試料載置台(図示せず)上に載置された状態での試料片を作製する必要はなく、試料保持機構(はり部材)5によって保持されたままの試料片をそのまま(保持機構5ごと)、例えば、走査電子顕微鏡(SEM)等の観察、分析装置の試料室内へ再装着して、所望の観察、分析を実施するようにしてもよい。

工程P(図15P)：はり部材回転機構(図示せず)を用いて任意の回転角に姿勢調整された試料片25にFIB21を照射・走査して、イオンビームスパッタ法を用いて試料片25の任意の面をさらに切削加工する。これにより、試料片25の多面的な切り出し加工ができ、より自由度の高い形状をもった試料片の製作を行なうことが可能である。また、本工程ではイオンビームスパッタ加工時に発生する2次イオンや中性粒子を捕捉することで、試料片25の分析を行なうことも可能である。さらにまた、先述の工程O(図15O)と同様、本工程では必ずしも実施例1で説明したような本発明による試料作製(加工)方法及び装置を使用して観察用の試料片を作製する必要はなく、試料保持機構(はり部材)5によって保持



されたままの試料片をそのまま(保持機構5ごと)、例えば、2次イオン分析装置等の観察、分析装置の試料室内へ再装着して、所望の分析を実施するようにしてもよいことは云うまでもない。

本実施例では、上記工程O、Pを連続して実施する例について説明したが、これらの工程O、Pは、必ずしも連続して実施される必要はなく、各工程単独で実施されても全く問題はない。

#### <実施例12>

本発明のさらに別の実施例を示す。本実施例では、試料基板1から試料片25を分離・摘出するためのさらに別の方法及び工程について、図16Z、図16A～図16C、並びに図16E～図16Hを用いて説明する。

工程Z(図16Z)：本実施例において、はり部材5の作製は、本工程Z(図16Z)において、先の実施例3(図6A～図6C)で説明した方法と同じ方法により、試料基板から試料片を分離・摘出するための装置と同じ装置内でFIB21を用いて行なわれる。

工程A(図16A)～工程C(図16C)：上記工程Zに続いて実施される工程A(図16A)～工程C(図16C)は、先の実施例1で示した工程A(図4A)～工程C(図4C)と同じ工程であり、これらの工程A～工程Cにおいて、試料片25を分離・摘出するための溝加工がなされる。

なお、先の実施例1では、工程C(図4C)に続いて、はり部材5の姿勢を試料片25の保持に好適な姿勢に調整するための工程D(図4D)が実施されたが、本実施例では、上記工程Z(図16Z)に続いて上記の工程A(図16A)～工程C(図16C)が実施されているため、これらの工程A～工程Cにおいて、はり部材5は必然的に試料片25の保持に好適な姿勢に保たれおり、従ってこの段階での改めの姿勢調整は不要であるため、直ちに次の工程E～工程Hが実行される。

工程E(図16E)～工程H(図16H)：本実施例における工程E(図16E)～工程H(図16H)は、先の実施例1における工程E(図4E)～工程H(図4H)と同じであり、これらの工程E～工程Hによって試料片25が試料基板1から分離・摘出される。

上記説明の方法および工程により、試料片25を保持するためにはり部材5の

姿勢調整を行なう工程を実施する必要が無くなるため、試料基板 1 上から試料片 2 5 を分離・摘出するための工程が短縮される効果がある。さらに、はり部材 5 の姿勢調整を行なう必要がないことから、試料保持機構(図示せず)に設けられたはり部材 5 を回転させるための回転機構(図示せず)も必要なくなり、装置全体の構成を簡素化できる効果がある。

### <実施例 1 3>

本発明のさらに別の実施例について説明する。本実施例では、先の実施例 1 における工程 H (図 4 H) 以降に実施される試料基板 1 から分離・摘出された試料片 2 5 を試料載置台 4 1 上に載置する方法及び工程について、図 1 7 H, 図 1 7 J ~ 図 1 7 K, 並びに図 1 7 X ~ 図 1 7 Y を用いて説明する。

工程 H (図 1 7 H) : 本実施例における工程 H (図 1 7 H) は、先の実施例 1 における工程 H (図 4 H) と同じであるので、ここでの具体的説明は省略する。

工程 J (図 1 7 J) ~ 工程 K (図 1 7 K) : 本実施例における工程 J (図 1 7 J) ~ 工程 K (図 1 7 K) は、先の実施例 6 における工程 J (図 1 0 J) ~ 工程 K (図 1 0 K) と同じであるので、ここでの具体的説明は省略する。但し、本実施例においては、先の実施例 6 における次の工程 L ~ M は実施せずに、上記の工程 K に続いて直ちに下記の工程 X ~ Y の実施に移る。

工程 X (図 1 7 X) : 上記の工程 K にて載置台 4 1 上に設けた溝 4 2 内に試料片 2 5 を挿入保持した状態で、はり部材 5 先端部の溝により分割形成された 2 本の分岐はり 1 8 の一方に F I B 2 1 を照射・走査することで、この一方の分岐はり 1 8 の試料片 2 5 と接触している部位 5 9 を除去(切除)する。この一方の分岐はり 1 8 試料片 2 5 と接触している部位 5 9 の除去(切除)によって、はり部材 5 は試料片 2 5 から分離(切り離し)される。

工程 Y (図 1 7 Y) : はり部材 5 を矢印 4 4 で示される方向に移動させ、はり部材 5 を試料片 2 5 及び載置台 4 1 上から退避させる。

上記した本実施例による試料片 2 5 の載置台 4 1 上への載置方法においては、上記工程 X においてはり部材 5 と試料片 2 5 とが両者の接触部を F I B 2 1 照射により除去されることで分離(切り離し)されるため、この試料片 2 5 とはり部材 5 との分離(切り離し)の際に、試料片 2 5 に物理的な応力を与えることが無いと

云う効果が得られる。また、その次の工程Yにおいては、既にはり部材5は試料片25から分離されてしまっているため、はり部材5を退避させるべき方向には制約がなく、試料片25を載置台41上に載置させた際のはり部材5の移動方向とは逆の方向に戻し移動させて退避させることも可能である。

#### <実施例14>

本発明のさらに別の実施例をここに示す。本実施例では、はり部材5の一部が損傷してしまった場合の、当該損傷はり部材5の修復方法及びそのための工程について、図18Q～図18Tを用いて説明する。なお、ここでは、はり部材5の損傷として、はり部材5先端部に溝により分割形成された分岐はり18の一部が欠損した場合を例に採って説明する。

工程Q(図18Q)：はり部材5の先端部に設けられた分岐はり18の欠損部位60(点線表示)を有するはり部材5をFIBで照射可能な範囲に移動させる。

工程R(図18R)：はり部材5先端部の2本の分岐はり18のうち欠損部位を有しない法の分岐はりを、欠損部位60を有する方の分岐はりとその長さが等しくなるように、FIB21を照射・走査して部分除去する。これにより、双方の分岐はり18の長さをほぼ等しく揃えることができる。

工程S(図18S)：すでにはり部材5の先端部に加工形成されている溝28の根元側端部にFIB21を照射・走査し、溝28を所望の形状寸法となるように再加工する。

工程T(図18T)：FIB21を分岐はり18の外周部に照射・走査し、分岐はり18の外周部を所望の形状寸法となるように整形加工する。この整形加工の際に、試料保持機構4(図示せず)中に設けたはり部材5を回転させるための回転機構(図示せず)を用いて、はり部材5を所望のFIB照射方位が得られるように回転させて(または回転させながら)、整形加工を行なうことも出来る。

上記した本実施例によるはり部材先端部の修復方法を用いることにより、はり部材5の一部が何らかの原因により損傷(欠損)した場合にも、該損傷(欠損)部を修復し、継続使用可能なはり部材5に復元させてやることが可能となる。なお、はり部材5に損傷(欠損)が発生する要因としては、例えば先の実施例13で説明したようなFIB照射法を用いての試料片25の載置方法を採用する場合や、同じく

F I B照射法を用いてはり部材5を作製する際におけるF I Bの照射位置ずれ、さらには、はり部材5により試料片25を保持する際のはり部材5と試料片25との衝突等が挙げられる。

本実施例では、上記の工程Rから工程Tまでを順次連続して行なう例について説明したが、これらの工程R～Tはその実施順序が入れ替わっても得られる効果は同じであり、また、損傷(欠損)部位の損傷(欠損)の程度によっては、これらの工程R～Tの全てを実施する必要はなく、必要に応じて、これらの工程R～Tのうちの何れか一つの工程のみを実施してもよいし、あるいは、任意複数の工程を任意順序で組み合わせて用いてよいことは云うまでもない。

#### <実施例15>

本発明のさらに別の実施例を挙げて説明する。本実施例は、はり部材5の一部が損傷(欠損)してしまった場合に、当該はり部材5の修復・復元を行なうための上記とは別の方法に関するものであり、図19Q及び図19Uの工程図を用いて説明する。

工程Q(図19Q)：本実施例15におけるこの工程Q(図19Q)は、先の実施例14において示した工程Q(図18Q)と同じ工程であり、本実施例においても先の実施例14と同じく、損傷はり部材5の例として、はり部材5の先端に設けられた2本の分岐はり18のうち的一方の一部(先端部)60が欠損している場合を例に採って説明する。工程Q(図18Q)では、この欠損部位60を修復加工用F I Bの照射が可能な領域内に移動させる。

工程U(図19U)：上記の工程QによりF I B照射が可能な領域内に移動設置されたはり部材5の欠損部位60近傍にイオンビームアシストデポジション膜を形成するための原料ガス50を供給し、該原料ガス供給部にF I B21を照射・走査させることで、分岐はり18の欠損部位60にイオンビームアシストデポジション膜を形成する。この工程を繰り返すことによって分岐はり18の欠損部位60にイオンビームアシストデポジション膜を堆積、成長させて、分岐はり18の欠損部位60を補なうことにより、該欠損部位60を修復・復元させる。

上記した本実施例によるはり部材5の損傷(欠損)部位の修復・復元方法の採用により、はり部材5の一部が、何らかの原因により損傷(欠損)してしまった場合

でも、当該はり部材 5 を所要の形状寸法に修復・復元させて、継続使用が可能な状態とすることができる。

また、上記した工程 U の後に、先の実施例 14 で説明した工程 R ～ T を用いて、イオンビームアシストデポジション膜により補なわれた部分を所要の形状寸法に整形加工できる。本実施例では、はり部材 5 の材質としてタングステンをを用い、イオンビームアシストデポジション膜形成用の原料ガス 50 としてタングステンガスをを用いることで、上記した損傷(欠損)部位の修復を行ったが、はり部材 5 の材質とイオンビームアシストデポジション膜形成用原料ガス 50 の組成とは必ずしも同種のものである必要はなく、FIB21 の照射によってイオンビームアシストデポジション膜を形成できさえすれば問題ない。

#### <実施例 16>

本発明のさらに別の実施例を示す。本実施例では、試料片の分離・摘出が可能な試料加工装置の上記とは別の構成例について、図 20 を用いて説明する。

図 20 中、61 は試料基板 1 から試料片 25 を分離・摘出するのに使用されるレーザビーム加工用レーザビーム 62 を発生させるためのレーザビーム源であり、このレーザビーム源 61 から発生されたレーザビーム 62 は、レーザビーム 62 を集光し、所定の位置に照射させるためのレーザビーム照射光学系 63 を介して試料基板 1 上に照射される。また、本実施例では、図示しない可視光源から発せられた可視光ビームをレーザビーム照射光学系 63 中のレーザビーム 62 と同軸上に入射させ、該可視光ビームの照射によって得られる像を観察用に用いる構成としたが、この観察用の像を得るために、別途光学顕微鏡などを設けてもよい。また、図中の 64 は、レーザビーム照射光学系 63、ステージ 2、試料保持機構 4、試料保持機構 4 を XYZ 方向に移動させるための移動機構 6 等を取り付けてなる筐体である。

本実施例による上記構成の試料片の分離・摘出が可能な試料作製(加工)装置を用いることで、先の実施例 1 に示した試料作製(加工)装置に比較して以下のような効果を得ることが出来る。第 1 に、FIB に代えて、レーザビームを試料基板 1 から観察領域を含む試料片 25 を分離・摘出するのに使用することで、数十  $\mu\text{m}$  から数百  $\mu\text{m}$  オーダーの大きさの試料片 25 をより短時間で作製することが

可能となる。第2に、前掲の様々な実施例において示した各種の試料片の分離・摘出方法(工程)及びそれを実施するための手段を、大気中にて使用することが可能となる。

#### <実施例17>

本発明のさらに別の実施例につき説明する。

先の実施例1では、本発明によるTEM観察用試料片の作製方法及びそのための装置について説明した。TEM観察用試料片作製に際しての摘出試料片の薄膜化作業は、先掲の実施例1において工程I(図4I)に示したように、はり部材5に摘出試料片25を挟み込み保持させた状態にて行なう方法と、先掲の実施例4において工程M(図10M)に示したように、摘出試料片25を試料載置台41上に固定保持させた状態にて行なう方法との2方法があり、これら両方法については既に詳しく説明した。

本実施例17は、先掲の実施例1及び実施例4とは異なる本発明のさらに別の試料作製方法に関するものであり、特に、試料基板内で摘出すべき試料片の所望部分の薄片化処理を行なってしまい、この既に薄片化された部分を有する試料片を試料基板から分離・摘出し、この分離・摘出された薄片化済みの試料片を試料載置台上に固定保持させるか、あるいは試料片保持用のグリッド上に固着させる方法に関するものである。以下、本実施例による試料作製方法について、図21A～図21Lに示す工程図を用いて説明する。

工程A(図21A)：試料基板151の一部にTEMで観察すべき箇所152を破線にて示してある。この観察すべき箇所152の幅(破線の長さ)は、例えば20 $\mu$ m程度である。

工程B(図21B)：観察箇所152をFIBで切り出し加工する前に、該観察箇所152を含む試料基板151表面を保護するために、イオンビームアシストデポジション法によるデポ膜153を形成する。このデポ膜153の代表的寸法例は、幅3 $\mu$ m、高さ1 $\mu$ m、長さ25 $\mu$ mで、その材質は炭素、タングステン、白金、パラジウムなどである。

工程C(図21C)：上記工程Bにおいて形成したデポ膜153の長辺に沿ってFIB154の照射によって溝155を形成する。この溝155は、幅が3 $\mu$ m

程度、深さが $15\mu\text{m}$ 程度で、長手方向にはデポ膜153の長さよりも若干長めに加工する。

工程D(図21D)：上記デポ膜153の反対側にも、図示のような形状の大穴156を形成する。この大穴156の開口部は溝155に比べて大きく、かつ、該大穴156の加工側面157は、斜面をなしている。ここで、先に形成された溝155と本工程で形成された大穴156とをつなぐようにデポ膜153の長手方向一端面側にもFIBを照射して溝158を形成する。このような加工により、その底部と長手方向他端面側のみが試料基板151と連結された状態での微細な試料片159が出来上がる。

工程E(図21E)：次に、試料基板151を傾斜させ、FIB154の照射によって試料片159の上記した試料片159の底部160aと長手方向他端面側連結部の一部160bを切除して、微小な残存連結部160cのみを残した状態での試料片159を得る。

工程F(図21F)：上記の工程Eで微小連結部160cのみによって試料基板151と連結された状態での試料片161が得られた段階でFIBの照射を停止して、試料基板151を、再び水平状態に戻す。この段階では、試料片161は微小支持部(残存連結部)160cのみによって試料基板151に連結支持された状態となっている。

工程G(図21G)：次に、試料片159の長手方向にFIBを走査させて、試料片159の長手方向両端部161aを残して他の部分162を厚さ $100\text{nm}$ 程度まで薄片化加工する。これによりTEM観察に適した厚さの薄片部162が得られる。つまり、この薄片部162がTEMによる観察対象領域である。この薄片部の寸法例は、幅 $15\mu\text{m}$ 、高さ $15\mu\text{m}$ 、厚さ $100\text{nm}$ 程度で、薄片部162の周囲には厚幅部161aが残されており、この厚幅部161aは、試料片159の保持部としての役割、並びに薄片部162の補強の役割を担うことができる。

工程H(図21H)：上記工程で得られた試料片159の薄片部162の周囲に残された厚幅部161aを、先端部に2本の分岐はり部163を有するはり部材164で挟み込んで保持する。厚幅部161aの幅は数 $\mu\text{m}$ 程度あるため、厚さ

100nm程度の薄片部162に保持用の分岐はり部163が直接接触することではなく、分岐はり部163の厚幅部161aへの接触時や、試料片の摘出並びに搬送時中に発生する振動等によって薄片部162が破損するおそれは無い。

工程I(図21I):上記の厚幅部161aをはり部材164で挟み込んだ状態で、支持部160cをFIB154の照射により切断することで、試料片159を試料基板151から分離する。

工程J(図21J):上記工程Iで試料基板151から分離された試料片165を挟み込み保持した状態で、はり部材164を試料基板151の加工穴166内から遠ざかるように移動させる。これにより、薄片部(TEM観察すべき断面)162を含む試料片165が試料基板151から摘出される。

工程K(図21K):TEM観察すべき薄片部162を形成された試料片165を、該試料片165をTEM装置の試料室内に導入するための試料載置台167上に載置する。このための載置方法には2つの方法があり、その第1の方法は、先の実施例6の工程K(図10K)に示したのと同様の方法であり、図21Kに示すように載置台167上に予め設けた溝168内に試料片165を挿入することによって、該溝168内に試料片165を保持させる。

工程L(図21L):試料片165の溝168内への挿入状態を確認した後に、はり部材164を試料片165から切り離し離間させて、載置台167上に載置されたTEM観察できる状態の試料片165が得られる。

上記した試料片165の載置台167上への2つ載置方法のうちの第2の方法について、図22A~図22Cを用いて説明する。なお、ここに示す実施例においても、試料片165を試料基板151から分離するまでの工程は、先の第1の方法における工程A~工程Jと同じであり、ここでは試料基板151上から試料片165を摘出する工程A(図22A)以降について説明する。

工程A(図22A):これまでの工程A~工程J(図示省略)において摘出すべき試料片165をはり部材164の先端部に保持した状態で、試料片165を試料基板151から切り離し分離した後に、試料片165を保持したはり部材164を試料基板151から遠ざかる方向に移動させて試料片165を試料基板151から摘出する。



工程B(図22B):しかる後に、分離・摘出した試料片165を薄肉厚に形成されたグリッド170の開口部171上に設置する。このとき、開口部171内には前もってコロジオン等の炭素系材料からなる薄膜を張設しておき、このグリッド170を真空状態の装置内に設置準備しておき、分離・摘出した試料片165を上記の炭素系薄膜面に面するようにしてグリッド170上に付着・設置させる。このグリッド170上への試料片165の付着・設置の際にははり部材164の先端部から試料片165を離脱させにくい場合には、はり部材164をグリッドの一部に接触させるなどの操作をすることで容易に離脱させることができる。

工程C(図22C):試料片165を付着・保持したグリッド170は、次いでTEM装置内に導入し、試料片165の上記した薄片部を上記の炭素系薄膜を通して観察する。このとき、グリッド170は、そのグリッド面がTEM装置内の観察用電子線に対して垂直となるように設置される。観察用電子線は上記の試料片保持用のグリッドに設けられた炭素系薄膜を透過し得るため、この炭素系薄膜の存在によってTEM観察像には何らの悪影響をも与えず、所望の試料片薄片部の高倍率でのTEM観察が可能となる。

先に示した第1の試料片載置方法では、載置台に搭載した試料片に対して追加のFIB加工ができる利点を有しているが、後に示した第2の試料片載置方法では一旦炭素系薄膜上に付着させる試料片に対する追加加工は出来ないと云う制約があるが、市販の安価なグリッドが利用できると云う利点を有している。

上述した本実施例17において示した、先端部に分岐はりを有するはり部材を用いての試料片の分離・摘出法と、載置台もしくはTEM観察用グリッド上への試料片の載置方法の採用によって、(1)従来のデポ膜形成技術を応用した試料片の分離・摘出並びに載置方法におけるように、デポ膜形成用のアシストガスの供給によって試料片上の観察すべき薄片部へ汚染を与えると云うようなおそれがなく、クリヤな像が得られる;(2)分離・摘出した試料片を載置台またはグリッド上に容易に載置できるがため、TEM観察用試料の作製作業が短時間で済み、試料作製効率を向上できる;(3)実施例1で示した試料作製法に比べ、TEM観察用薄片部の形成作業完了までの全ての工程を試料基板内でのFIB加工によって遂行できるがため、FIBによる自動加工によって多数個の薄片化試料を短時間

でしかも無人で作製し易い；(4)グリッドは市販品が利用できるがため、安価にTEM観察用試料を作製できる；などの優れた効果が得られる。

従来のガラス棒の先端部に静電気力により試料片を引きつけて保持する方式では、大気中では湿気のため帯電状態が不安定となるため、試料片の保持が不安定になると云う問題が有った。同様に、ガラス棒を真空装置内に持ち込み、このガラス棒を帯電させて試料片を引き付け保持しようとしても、帯電状態の制御が難しいため、良好な試料片保持を行ない得る確率が低いと云う問題が有った。これに対して、本発明の実施例によるはり部材を用いての試料片の挟み込み保持法のように物理的力でもって試料片を保持する方法では、上述のような問題は生じず、また、真空容器内の電位分布に関係なく試料片の取り付け位置や搬送経路を選択することが可能となる。

更に、本発明の実施例による試料片の分離・摘出方法では、薄片化試料の保持に信頼性の低い静電気力による吸引保持法を用いることなく、はり部材による挟み込み保持法により試料片を保持して試料基板から分離・摘出して、所定の試料載置台上に移動させて、そこに確実に固定載置することができる。これらの点は、従来技術とは根本的に異なる点である。上記した本発明の実施例により、静電気による斥力によって貴重な薄片化試料を飛散させてしまうようなことなく、また静電気力の低下によって薄片化試料を落下させてしまうようなことも無く、薄片化試料を確実に分離・摘出して、所望位置に移動させて、そこに固定載置することができる。また、薄片化試料の作製から載置台やグリッド上への固定載置等によってTEM観察用試料の作製を完了させるまでの全工程を真空中(装置内)で行なうがため、大気中(実験室内)の湿気などの環境条件によって影響されることも無い。

さらにまた、ガラス棒の先に静電気力により試料片を引きつけて保持する方式では、大気中の湿気のため帯電状態が不安定となる問題が有った。同様にガラス棒を真空装置内に持ち込み、ガラス棒を帯電させて試料片を引きつけようとしても、帯電の制御が難しいため、結局は初期の目的を達成できる確率は低かった。これに対し、本発明実施例の如く、物理的力で試料片を保持する方法では上述のような問題は根本的に生じず、また真空容器内の電位分布等に関係なく試料片の

分離・摘出、並びに搬送や載置を行なわせるための機構や装置の取り付け位置や、さらには、試料片の搬送経路(搬送通路)を選択することが可能となる。

以上、本発明の主旨に則った実施例につき、図面を参照して説明してきたが、本発明の内容は上記実施例に限定されることはなく、本発明の主旨を逸脱しない範囲内で、他の種々の変形実施例を用いることができることは云うまでもない。

以上、本発明について種々の実施例を挙げて詳述してきたところから明らかなように、本発明になる試料作製(加工)方法によれば、従来技術に比べ、試料基板上から分離・摘出すべき微小試料片及びその周辺近傍領域に与える汚染を少なくでき、かつ、試料基板上から微小試料片を確実に分離・摘出し、安定に格納することができ、しかもそのために要する処理時間を従来の約1/2程度に短縮することができるため、信頼性の高い観察、分析、計測用等の試料を精確かつ安定にして効率良く作製することができる。